

NASVETI

JELOVI APARATI ZA PRIPRAVO VZORCEV ZA POVRŠINSKE ANALIZE

Miro Pečar

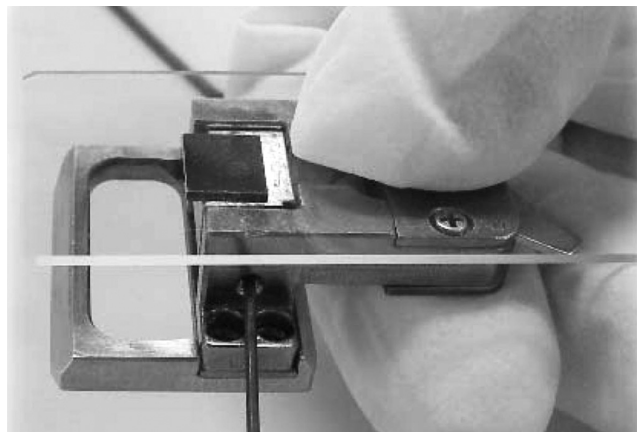
Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, Ljubljana

1 UVOD

Na Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije smo s presevnim elektronskim mikroskopom **JEM2100** kupili tudi aparate za pripravo vzorcev za površinske analize, in sicer **SM09010 Cross section polisher** (naprava za poliranje prereza specifičnih vzorcev) in **EM09100IS Ion slicer** (ionsko rezilo, tj. naprava za pripravo vzorcev za presevno elektronsko mikroskopijo). Obe napravi omogočata pripravo vzorcev brez njihove obsežne predhodne obdelave.

2 NAPRAVA ZA POLIRANJE PREREZA SPECIFIČNIH VZORCEV

Naprava za poliranje prereza specifičnih vzorcev je namenjena za enostavno pripravo vzorcev za uporabo pri SEM, AES, EPMA in SAM. Z minimalno poškodbo ali deformacijo ter brez umazane priprave lahko z njim pripravimo mehke, trde ali kompozitne vzorce in tiste, ki ne dovolijo uporabe tekočin (baker, aluminij, zlato, spajka, polimeri ter keramika in

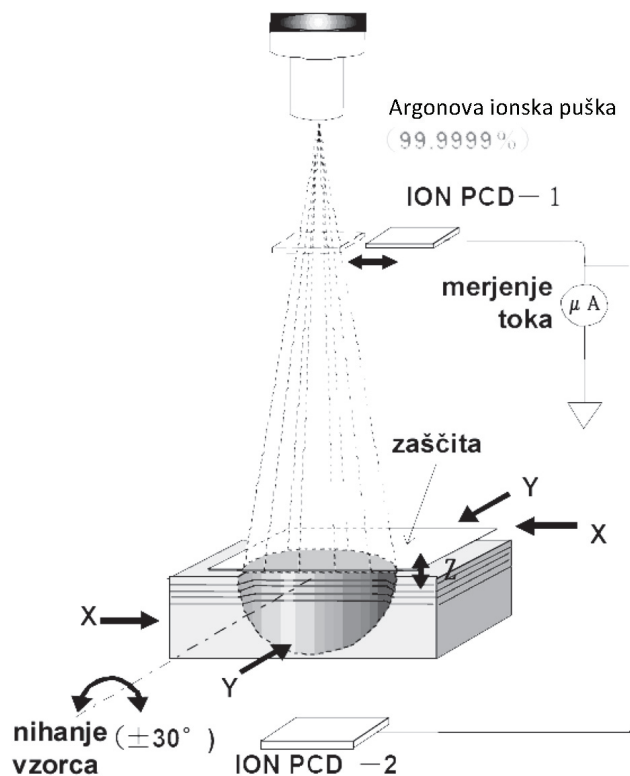


Slika 2: Vzorec, zalepljen na nosilcu, ki je pritrjen v držalu. Z objektivnim steklom pritismo vzorec tako, da je zgornja površina vzorca poravnana z nosilcem.

steklo). Ionski curek polira preznno površino vzorca katerega koli materiala in naredi čisto, polirano



Slika 1: JEOL SM09010 Cross section polisher (naprava za poliranje prereza specifičnih vzorcev, CP)



Slika 3: Princip poliranja vzorca z ionskim curkom

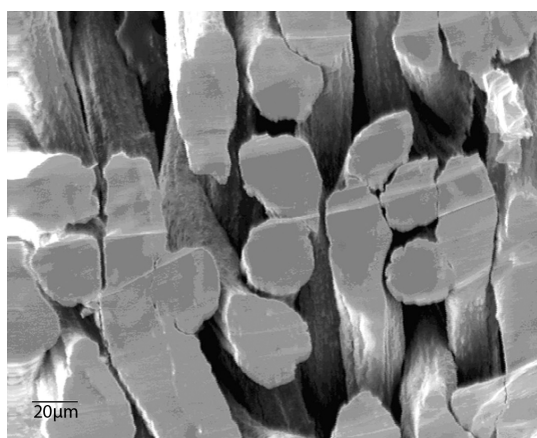
površino na dovolj velikem področju za analizo, in to v enem koraku (**slika 1**).

Maksimalna velikost vzorca je (11 × 10 × 2) mm. Vzorec odrežemo s krožno žago (kovinske vzorce) ali z diamantnim nožem (steklo, keramika), ga z lepilom (angl. *mounting wax*) pri 80 °C nalepimo na nosilec (**slika 2**) ter ga pritrdimo v držalu vzorca.

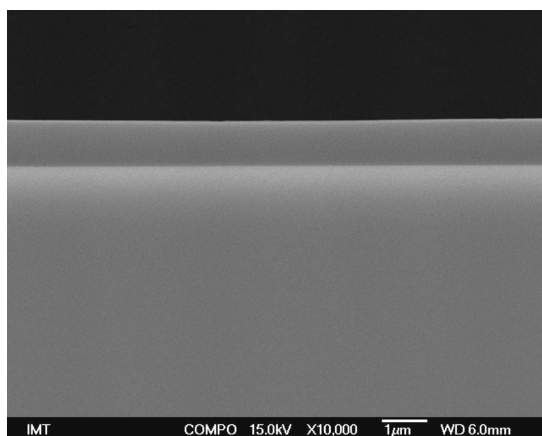
Držalo vstavimo v aparat, z justirnimi vijaki ga z vzorcem vred premaknemo v začetno lego in z lupo natančno pozicioniramo. Lupa ima okular s črtami, tako lahko točno določeno mesto na vzorcu pozicioniramo pod curek ionov argona.

Na vzorec spustimo še zaščito in jo ponovno z lupo pozicioniramo tako, da je približno 100–200 µm vzorca zunaj zaščite. Teh 100–200 µm vzorca ionski curk odreže. Princip rezanja/poliranja je prikazan na **sliki 3**.

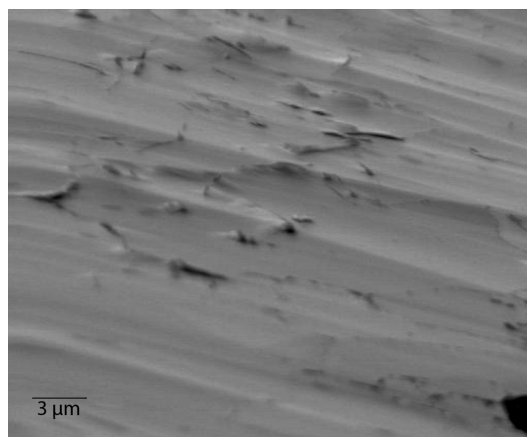
Ko je vzorec v redu pozicioniran, zapremo komoro in jo evakuiramo z rotacijsko in turbomolekularno črpalko do tlaka približno $2 \cdot 10^{-4}$ Pa (20 min). Takrat vklopimo ionsko puško, ki pri 5 kV/50–100 µA in tlaku $2 \cdot 10^{-3}$ Pa začne rezati vzorec. Hkrati vklopimo še nagibanje vzorca za $\pm 30^\circ$ glede na curek ionov argona, da je prerez čim bolj enakomeren in gladek.



Slika 4: Sintrana vlakna FeCrAl



Slika 5: 1 µm debela plast polimera na podlagi



Slika 6: Za zelo trdimi delci v mehkejšem materialu ostanejo »valovi«.

Rezanje traja 4–16 h, odvisno od debeline vzorca in trdote materiala.

Na **slikah 4–6** je nekaj primerov vzorcev, izdelanih s CP.

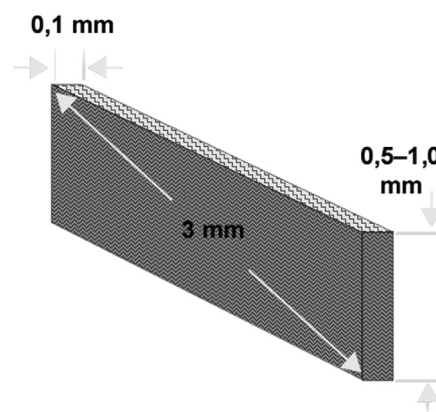
S CP lahko režemo tako trde kot mehke materiale, težava pa nastane, če imamo zelo trde delce v mehkejšem materialu in se trdi delci počasneje režejo. Takrat za trdimi delci ostanejo »valovi« neodrezane mehkejše kovine (**slika 6**).

3 NAPRAVA ZA PRIPRAVO VZORCEV ZA PRESEVNO ELEKTRONSKO MIKROSKOPIJO

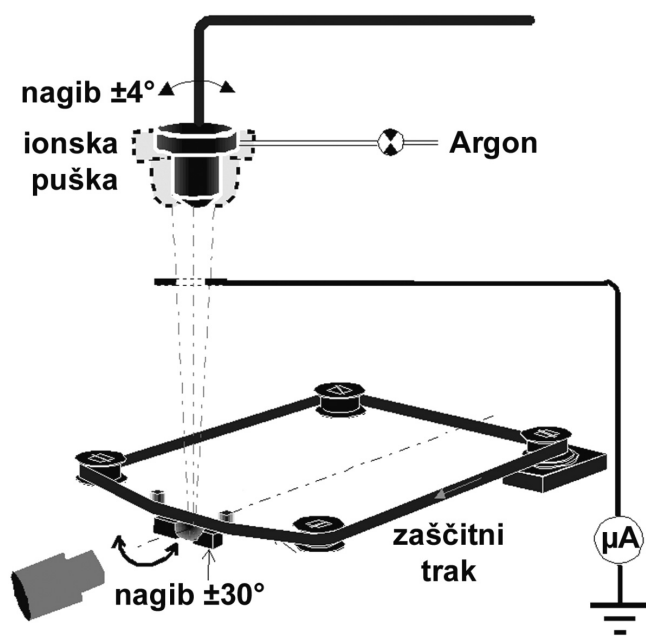
Z napravo za pripravo vzorcev za presevno elektronsko mikroskopijo lahko izdelamo vzorec s tankostenskim področji brez uporabe topil ali tekočin, kar ne zahteva obsežne predpriprave vzorca. Pri izdelavi se vzorec mehansko ne poškoduje in tanke plasti se ne lupijo.

Vzorec s krožno žago odrežemo na dimenzije 2,5 mm × 0,7 mm × 0,1 mm (**slika 7**). Ostre robove vzorca lahko tudi rahlo spoliramo, nato vzorec zalepimo na nosilec.

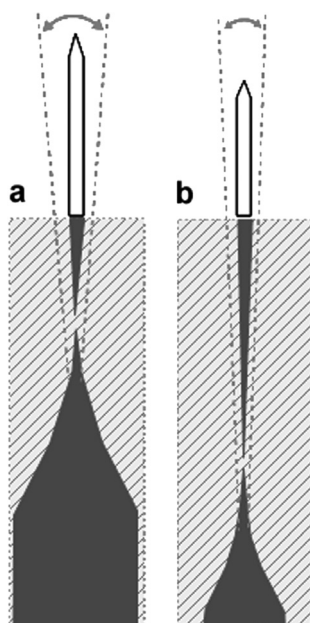
Nosilec vstavimo v aparat, vzorec z lupo centriramo v center ionskega curka, pritrdimo nosilec zaščit-



Slika 7: Dimenzije vzorca



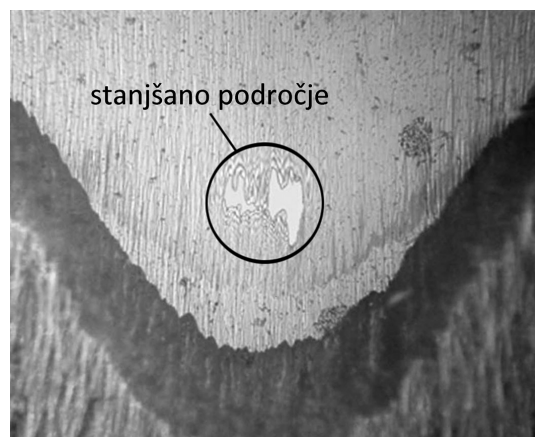
Slika 8: Princip rezanja/poliranja vzorca



Slika 9: Stanjšanje vzorca pri večjem kotu (a) je višje kakor pri manjšem kotu (b)

nega traku (slika 8) in zapremo komoro naprave. Zaščitni trak iz nerjavnega jekla je debel $10\ \mu\text{m}$, postavimo pa ga vzporedno z vzorcem na sredino debeline vzorca.

Komora enako kot CP evakuiramo z rotacijsko in turbomolekularno črpalko do tlaka približno $2 \cdot 10^{-4}\ \text{Pa}$



Slika 10: Vzorec, izdelan z ionskim rezalom (ion slicer)

(pribl. 20 min). Takrat vklopimo ionsko puško, ki pri $5\ \text{kV}/50\text{--}100\ \mu\text{A}$ in tlaku $2 \cdot 10^{-3}\ \text{Pa}$ začne rezati vzorec. Ionska puška ima mehanizem, ki jo nagiba za do $\pm 4^\circ$ in reže vzorec nekaj časa s prednje strani, nato z zadnje strani. Časovni interval lahko nastavljamo, navadno je 30 s (slika 8).

S spreminjanjem kota ionske puške spreminjamo lego stanjšanja na vzorcu. Pri večjem kotu nastane stanjšanje na vzorcu višje (slika 9a) kakor pri manjšem kotu (slika 9b). Zaradi zaščitnega traku se vzorec najbolj reže na sredini vzorca oz. lahko center rezanja določimo tako, da je stanjšano mesto na točno določenem delu vzorca.

Rezanje traja 2–6 h, odvisno od trdote materiala. V komori sta dve luči: ena osvetljuje vzorec s prednje strani, kar lahko ves čas rezanja spremljamo na zaslonu in s tem kontroliramo potek rezanja, druga luč osvetljuje vzorec z zadnje strani, njeno svetlobo pa zagledamo šele, ko vzorec postane prosojen oziroma nastane luknja v vzorcu. Takrat rezanje ustavimo, nastavimo parametre za poliranje vzorca (2 kV) in ga še 10 min poliramo (slika 10).

Ko je obdelava vzorca končana, vzamemo nosilec z vzorcem iz naprave in nanj z drugim lepilom nalepimo bakreni obroček, s katerim vzorec vstavimo v presewni elektronski mikroskop.

Za analizo tankih plasti na podlagi lahko dva vzorca s tankimi plastmi zlepimo skupaj in mehansko izrežemo vzorec tako, da so tanke plasti približno na sredini vzorca. Seveda pa je pri takih vzorcih potrebno precej izkušenj oz. ponavljanj rezanja, da dobimo stanjšano mesto ravno na tankih plasteh.